

PCT/JP 2004/000922

30.1.2004

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

10/551589

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年 2月18日

出願番号
Application Number: 特願2003-039142
[ST. 10/C]: [JP 2003-039142]

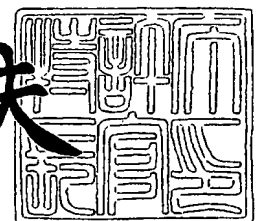
出願人
Applicant(s): 株式会社タイテム

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 3月 5日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3016915

【書類名】 特許願

【整理番号】 NOZAKI-A

【あて先】 特許庁長官 太田 信一郎 殿

【国際特許分類】 C01B 33/14

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県鎌倉市津 1 0 6 9 番地 2 4 7

【氏名】 野崎 敏雄

【特許出願人】

【識別番号】 503002569

【氏名又は名称】 株式会社タイテム

【代理人】

【識別番号】 100088214

【弁理士】

【氏名又は名称】 生田 哲郎

【選任した代理人】

【識別番号】 100100402

【弁理士】

【氏名又は名称】 名越 秀夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 061218

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 耐アルカリ性菌型コロイダルシリカ粒子及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させることによって得られる菌型コロイダルシリカ。

【請求項 2】

アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させて得たコロイダルシリカを更に加圧下に加熱することによって得られる菌型コロイダルシリカ。

【請求項 3】

アルコキシシランをアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させて得たコロイダルシリカを更に加圧下に加熱することによって得られる菌型コロイダルシリカ。

【請求項 4】

前記コロイダルシリカを加圧下に加熱する温度が 105～280℃であることを特徴とする請求項 2 又は請求項 3 に記載の菌型コロイダルシリカ。

【請求項 5】

前記アルコキシシランの縮合体が、平均縮合度が 2～8であることを特徴とする請求項 1、請求項 2 又は請求項 4 のいずれかに記載の菌型コロイダルシリカ。

【請求項 6】

請求項 1 から請求項 5 のいずれかに記載の菌型コロイダルシリカからなる精密研磨用の砥粒。

【請求項 7】

アルコキシシランの縮合体又はその水性溶媒溶液をアンモニア若しくはアンモニウム塩の水溶液又はアンモニア若しくはアンモニウム塩と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながらアルコキシシランを加水分解することを特徴とする菌型コロイダルシリカの製造方法。

【請求項 8】

アルコキシシラン若しくはアルコキシシランの縮合体又はそれらの水性溶媒溶液をアンモニア若しくはアンモニウム塩の水溶液又はアンモニア若しくはアンモニウム塩と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながらアルコキシシランを加水分解し、更に、加圧下に加熱することを特徴とする蘭型コロイダルシリカの製造方法。

【請求項 9】

前記アルコキシシラン又はアルコキシシランの縮合体の加水分解物を加圧下に加熱する温度が 1 0 5 ～ 2 8 0 ℃であることを特徴とする請求項 8 に記載の蘭型コロイダルシリカの製造方法。

【請求項 1 0】

前記アルコキシシランの縮合体が、平均縮合度が 2 ～ 8 であることを特徴とする請求項 7 から請求項 9 のいずれかに記載の蘭型コロイダルシリカの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、耐アルカリ性に優れた蘭型コロイダルシリカ粒子及びその製造方法に関する。更に詳しくは、シリコンウエハに代表される半導体の研磨、ハードディスク基盤等の電子材料の研磨、集積回路を製造する際の平坦化工程（一般には CMP といわれている）における研磨、等で用いられる研磨用の砥粒に応用可能な、耐アルカリ性を向上させた蘭型コロイダルシリカ粒子及びその製造方法に関するものである。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

コンピュータ、家電に搭載されている半導体集積回路やハードディスク等の電子材料を製造する工程において、精密研磨の果たす役割は、材料の小型化、高集積化の傾向と相俟って近年重要視されてきている。研磨の工程は、シリコンウエハやハードディスクの研磨のように、研磨が粗研磨、仕上げ研磨と多段階で行わ

れるもの、集積回路の平坦化工程のように、一つの集積回路素子を作るのに何回も研磨工程が施されるものがある。そして、これらの工程、特に、その研磨の最終段階において、砥粒として径が数十ナノメートルのシリカ微細粒子が一般的に広く採用されるようになってきている。これは、シリカの場合、精密研磨に要求される粒径分布の狭い微細粒子の砥粒が、比較的容易に製造できるからである。

【0003】

各種電子材料の精密研磨に用いられるシリカ砥粒は、1) ヒュームド・シリカに代表されるように、四塩化珪素などを火炎加水分解する方法、2) 水ガラスなど珪酸のアルカリ金属塩を脱陽イオンする方法、3) アルコキシシランを加水分解する、いわゆるゾルゲル法、などで製造されている。この3種のシリカの精密研磨性能を形状面から比較すると、次のようである。火炎加水分解法により得られるコロイダルシリカは、粒子が紐状に結合していることから、研磨時のスクラッチを生じる欠点がある。また、脱陽イオン法により得られるコロイダルシリカは、粒子径が均一になり難いという欠点があり、これを研磨に用いると研磨粗度が大きくなる。この二つに比べ、ゾルゲル法により得られるコロイダルシリカは、研磨に好適な繭型の形成が可能で、更に粒子径が均一であることから、精密研磨に最も適した形状とされている。

【0004】

一方、電子材料の精密研磨において研磨促進剤を使用するが、研磨促進剤には酸性のものとアルカリ性のものがある。酸性下では、シリカは極めて安定しているので、砥粒としての研磨能力は十分発揮される。しかしながら、アンモニア、各種アミン類、水酸化カリウムなどのアルカリ性物質を研磨促進剤として使用する場合には、シリカはアルカリに侵される性質があるために、アルカリ性領域におけるシリカ砥粒による研磨は問題があり、シリカの耐アルカリ性が研磨性能の重要な要素となっている。即ち、アルカリ性の条件では、シリカが次第に溶解しその形状が経時的に変化し、研磨性能が低下してくるという問題がある。前記1)～3)の3種のシリカの耐アルカリ性は、火炎加水分解法シリカが最も優れ、ゾルゲル法シリカが最も悪いとされている。従って、実用段階では、かかる特性を加味して、応用分野ごとに砥粒と研磨促進剤の種類を選択しているのが実情で

ある。

【0005】

かかる電子材料の精密研磨に使用されるシリカに関して、特開平7-221059号公報には、短径と長径の比が0.3～0.8で長径が7～1000mmのコロイダルシリカが記載されている。該コロイダルシリカの製造方法として実施例にケイ酸ナトリウム水溶液を原料とした方法が開示されている。しかしながら、この方法で得られたシリカゾルには、ケイ素以外にカルシウム、マグネシウム、バリウム等のアルカリ土類金属、銅、鉄、ニッケルなどの遷移金属、更に原料ケイ酸ナトリウムに由来するナトリウムが含まれ、これらのアルカリ土類金属、遷移金属やアルカリ金属がウエハ研磨時にウエハ表面に不純物として付着し、その結果ウエハ表面が汚染されて半導体特性に悪影響を及ぼしたり、ウエハ表面に酸化膜を形成させたときに酸化膜の電気特性を低下させるという問題点があった。

【0006】

また、特許第3195569号公報には、ケイ酸メチル又はケイ酸メチルとメタノールの混合物を、水、メタノール及びアンモニア等からなる混合溶媒中に攪拌下に10～40分間で滴下し、ケイ酸メチルと水とを10～40分間反応させて、短径が10～200nmで長径／短径比が1.4～2.2の繭型コロイダルシリカが得られることが記載されている。この繭型コロイダルシリカは、電子材料等の精密研磨に優れた性能を示すが、耐アルカリ性という点で問題が残る。即ち、特にPHの高い条件では、コロイダルシリカが次第に溶解しその形状が経時的に変化し、研磨性能が低下してくるという現象が認められる。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記の状況に鑑み、繭型形状を有し、かつ、優れた研磨性能を維持しながら、耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカ及びその製造方法を提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、研磨に適した粒子形状を有し、かつ、優れた研磨性能を保持しながら、耐アルカリ性を向上させた、これまでに無い新種のシリカ微粒子とその製法を見出し、本発明を完成させた。即ち、本発明の要旨は、アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解、縮合させることによって得られる繭型コロイダルシリカである。このコロイダルシリカは、研磨用の砥粒として優れた性能をもつとともに、優れた耐アルカリ性をもつものである。

【0009】

繭型コロイダルシリカを加圧下に加熱することにより、耐アルカリ性を向上させたコロイダルシリカを得ることができる。即ち、アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させて得たコロイダルシリカを更に加圧下に加熱することによって得られる繭型コロイダルシリカである。また、加熱するコロイダルシリカとして、アルコキシシランの縮合体ではなくアルコキシシラン単体を加水分解、縮合して得た繭型コロイダルシリカを加圧下に加熱することによっても、耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカを得ることができる。即ち、アンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させて得たコロイダルシリカを更に加圧下に加熱することによって得た繭型コロイダルシリカである。

【0010】

前記コロイダルシリカを加圧下に加熱する温度は、105～280℃が好ましい。また、前記アルコキシシランの縮合体が、平均縮合度が2～8であることが好ましい。

【0011】

このようにして得た耐アルカリ性に優れた繭型コロイダルシリカは、研磨用の砥粒として好適に使用することができる。

【0012】

耐アルカリ性に優れた繭型コロイダルシリカは、アルコキシシランの縮合体をアンモニアなどの触媒の存在下に加水分解、縮合させることにより製造することができる。即ち、アルコキシシランの縮合体又はその水性溶媒溶液をアンモニア

若しくはアンモニウム塩の水溶液又はアンモニア若しくはアンモニウム塩と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながらアルコキシシランを加水分解することを特徴とする繭型コロイダルシリカの製造方法である。更に、繭型コロイダルシリカを加圧下に加熱することによっても、耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカを製造することができる。即ち、アルコキシシラン若しくはアルコキシシランの縮合体又はそれらの水性溶媒溶液をアンモニア若しくはアンモニウム塩の水溶液又はアンモニア若しくはアンモニウム塩と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながらアルコキシシランを加水分解し、更に、加圧下に加熱することを特徴とする繭型コロイダルシリカの製造方法である。

【0013】

加圧下に加熱する繭型コロイダルシリカをアルコキシシラン単体の加水分解から得る方法に関しては、例えば、テトラメトキシシラン等のアルコキシシラン又はテトラメトキシシラン等のアルコキシシランとメタノール等の水性溶媒との混合物を水、メタノール等の水性溶媒及びアンモニア又はアンモニアとアンモニウム塩からなる混合溶媒中に攪拌下に10～40分間で滴下して反応させる方法が好適に適用される。この際、溶媒中のアンモニウムイオンの含量が溶媒全重量の0.5～3重量%、反応温度が10～40℃で反応を行うのが好ましい。

【0014】

また、前記アルコキシシラン又はアルコキシシランの縮合体の加水分解物を加圧下に加熱する温度は105～280℃であることが好ましく、前記アルコキシシランの縮合体は、平均縮合度が2～8であることが好ましい。コロイダルシリカを加圧下に加熱するためには、100℃以上の温度にする必要がある。また、水の臨界温度が280℃であるので、コロイダルシリカの加熱は、105～280℃の温度で行うのがよい。

【0015】

耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカを得るに当たり、本発明者は、先ず、製造方法の異なる各種シリカの耐アルカリ性を調べた。調べたシリカは、先に述べた精密研磨用砥粒として代表的に実用化されている、1) 火炎加水分解シリカ、2) 珪酸アルカリ金属塩を脱陽イオンしたコロイダルシリカ及び3) アルコキ

シシランを加水分解して得た繭型コロイダルシリカの三者である。それぞれのシリカが常温で溶解するPHは、製造条件により多少の差はあるものの、概ね、1)の火炎加水分解シリカはPH12以上、2)の珪酸アルカリ金属塩を脱陽イオンしたコロイダルシリカはPH11.5前後、そして3)のアルコキシシランを加水分解して得た繭型コロイダルシリカはPH11前後であることが判明した。

【0016】

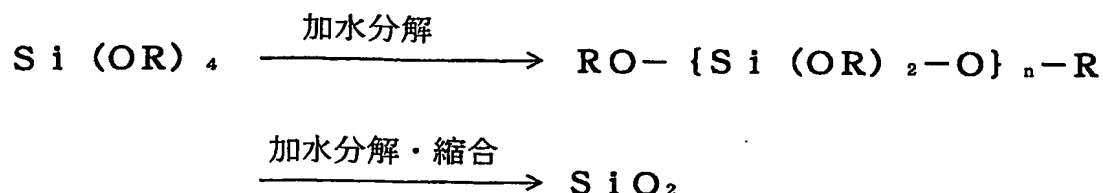
このように製造方法により耐アルカリ性に差が出るのは、シリカの末端の構造に基づくものと考えられる。即ち、1)の火炎加水分解シリカは、殆どがシロキサン結合($-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$)で形成されたシリカであるのに対し、2)と3)のコロイダルシリカは、コロイド状態を保持するため又は縮合反応が不完全なために、シロキサン結合が一部水和された形の珪酸結合($-\text{Si}-\text{OH}$)が残っていると考えられる。また、2)と3)で耐アルカリ性が異なるのは、この珪酸結合が含まれる割合が異なるものと考えられる。

【0017】

これらの考えに基づき、本発明者は、珪酸結合の数をコロイド状態を保持するに十分なものを保持しながら、珪酸結合を極力減らすことに着目し、珪酸結合の少ない繭型コロイダルシリカの製造を試みた。アルコキシシランの加水分解は、式1のようにアルコキシシランが部分的に縮合したアルコキシシラン縮合体を経由して、最終的にシリカを生成する。添加する水の量が少ないと、アルコキシシランの加水分解は完全に進行せず、アルコキシシラン縮合体の状態で止まる。アルコキシシランが縮合する数、即ち、縮合度 n は、添加する水の量を調節することにより、 n が大きくない範囲で制御可能である。

【0018】

【式1】



nは自然数

【0019】

従来知られている研磨用のコロイダルシリカを製造する方法は、アルコキシシラン単体を原料としているが、本発明者は、アルコキシシラン単体を原料に使用するのではなく、アルコキシシランを縮合させたアルコキシシラン縮合体を使用することにより、珪酸結合の数を減少させることができると考えた。一般的に、アルコキシシランの縮合度が大きくなるに従い、縮合体は粘度の高い液体となり、最終的には固体となる。原料として使用するアルコキシシラン縮合体は、原料としての取り扱いやすさ、加水分解の程度を勘案し、縮合度として2～8程度のものが好適使用できる。縮合度の高いものを得ようとする、水の添加量がわずかに相違しただけで、縮合度が大きく変わるようになるので、この点からも適度の縮合度のものを選択するのが好ましい。

【0020】

アルコキシシラン縮合体は、単独又は水性溶媒の溶液として使用する。ここで水性溶液というのは水に溶解する溶媒という意味であり、具体的にはメチルアルコール、エチルアルコール、プロピルアルコール等の低級アルコール、ジオキサン、ジメチルスルフォキシド、アセトン等の低級ケトン類等であるが、メチルアルコール等の低級アルコールが好適に使用することができる。

【0021】

アルコキシシラン縮合体の加水分解は、アルコキシシランの縮合体単独又はその水性溶媒溶液を、アルカリ性の触媒を含む水溶液又は触媒と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながら行うことができる。触媒としては、アンモニア、アンモニウム塩等を使用することができる。また、アルコキシシランとしては、テトラメ

トキシシラン、テトラエトキシシラン、テトラプロポキシシラン、テトラブトキシシラン、2-オキシエトキシシラン等を使用することができる。具体的な反応条件としては、例えば、テトラメトキシシランの縮合体をメタノールに溶解し、アンモニアを含むメタノールと水との混合溶媒中に攪拌下に10～40分間で滴下し、テトラメトキシシランを加水分解する。触媒の量は、メタノールと水の混合溶媒中アンモニウイオンの含量が混合溶媒の0.5～3重量%程度である。反応温度は、0～40℃で行うのがよい。反応が終了した後は、反応液を適当なコロイダルシリカの濃度になるまで濃縮し、更に、メタノールを水に置換して、コロイダルシリカのゾルを得る。

【0022】

このようにして、アルコキシシラン縮合体の加水分解によって、繭型の形状をしたコロイダルシリカを得ることができる。反応の初期に生成したシリカ粒子が2個凝集し繭型シリカの原型を形成し、この原型シリカに加水分解で生じたシリカが成長して、最終的に繭型のコロイダルシリカが得られる。そして、得られたコロイダルシリカは、特に、電子部品の研磨用の砥粒として優れた性能を有するとともに優れた耐アルカリ性を示す。

【0023】

次に、コロイダルシリカを加圧下に加熱することにより、耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカを得ることができた。これは、加圧下に加熱することにより、コロイダルシリカの珪酸結合同士が反応してシロキサン結合になり、その結果、珪酸結合の量が減少したものである。具体的には、アルコキシシランを、例えば、前記特許第3195569号公報記載の方法で加水分解して製造したコロイダルシリカ、又は、本発明のアルコキシシラン縮合体の加水分解で製造したコロイダルシリカを、ゾルの状態でオートクレーブ中で105～280℃の温度で加熱する方法である。

【0024】

【発明の実施の形態】

以下、本発明を実施形態に基づいて説明する。

【0025】

【実施例1】

テトラメトキシシランを酸触媒で凡そ4量体に縮合したもの（以下、テトラメトキシシラン4量体と称する）1重量部とメタノール0.62重量部とを混合して原料溶液を調製した。一方、反応槽に反応媒体として全体が650gで、水の濃度が15重量%、アンモニアが1重量%となるように、メタノール、水及びアンモニアを仕込んだ。反応系の温度が20℃に保持できるように冷却しながら、3.6ml/minの添加速度にて原料溶液を25分間添加して、反応せしめた。反応後、この反応液を約3倍に加熱濃縮し、更に、容量が変わらないように水を加えながら液温度が水の沸点になるまで加熱することにより水置換をし、水分散の繭型コロイダルシリカ粒子を含むゾルを得た。このゾルのシリカ粒子を日機装社製のマイクロトラック粒度分析計（微粒子のブラウン運動速度を検出する、レーザードップラー法に基づく測定器）Model-9340UPAを使用して、粒子径を測定したところ平均粒子径は35nmで、粒子径分布は極めて狭いものであった。このゾルのシリカ粒子を透過型電子顕微鏡で観察した処、短径は20nmであり、長径は35nmの繭型形状であることを確認した。尚、実施例1に使用したテトラメトキシシラン縮合体は、該シランを完全に加水分解して得られた酸化珪素の量が51重量%であったことにより、凡そ4量体であることを確認した。

【0026】

次に、このゾルを用いコロイダルシリカが1重量%、アンモニアが400重量ppm、ヒドロキシエチルセルロース（HEC）が350重量ppmの水分散の研磨用組成物を調製し、シリコンウエハ研磨試験を行った。その結果、研磨速度は0.14 μ m/minであった。研磨器具と研磨条件は以下の通りである。

| | |
|---------|----------------------|
| 研磨機 | マルトー製ML-461 |
| 研磨パッド | フジミ製サーフィン |
| 回転数 | 100rpm |
| 研磨圧力 | 237g/cm ² |
| シリコンウエハ | 30mm Φ |

【0027】

研磨したウエハをSC-1洗浄し、Digital Instruments

社製のAFM (NanoScope IIIa Dimension 3100) を使用して、タッピングモードで表面粗度を測定すると、 R_a が 0.177 nm であった。また、水分散の菌型コロイダルシリカ粒子を含むゾルの少量に、別途調整した $\text{PH}11.5$ のアルカリ性水溶液を比較的多量加え、常温で1か月放置したが、その混合液は白濁していて、菌型コロイダルシリカ粒子がアルカリ溶液に溶解しなかった。

【0028】

実施例1は、テトラメトキシシランを酸触媒で凡そ4量体に縮合したテトラメトキシシラン4量体を原料として使用して、加水分解と縮合反応を施し菌型コロイダルシリカとしたものである。後述の比較例1で得られた菌型コロイダルシリカと比較して、比較例1のコロイダルシリカの粒子径が 70 nm であるのに対し、実施例1のコロイダルシリカの粒子径は 35 nm と小さくなっているにも拘わらず、研磨効率（研磨速度）は $0.14\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$ であり比較例1の研磨速度 $0.09\text{ }\mu\text{m}/\text{min}$ 以上のものとなっている。更に、AFMによる研磨面の粗度も R_a が 0.177 nm であり比較例1の R_a 0.267 nm よりかなり優れていることが認められた。また、耐アルカリ性関しても、比較例1のコロイダルシリカが $\text{PH}11.5$ のアルカリ性水溶液に溶解したのに対して、実施例1のコロイダルシリカは $\text{PH}11.5$ のアルカリ性水溶液に長時間放置しても溶解しなかったことから、耐アルカリ性が向上していることが認められる。

【0029】

【実施例2】

テトラメトキシシラン1重量部とメタノール 0.27 重量部とを混合して原料溶液を調製した。一方、反応槽に反応媒体として全体が 650 g で、水の濃度が 14.7 重量%、アンモニア濃度が 0.93 重量%となるように、メタノール、水、アンモニアを仕込んだ。反応系の温度が 20°C に保持できるように冷却しながら、 $3.6\text{ ml}/\text{min}$ の添加速度にて原料溶液を25分間添加して、反応せしめた。以下、実施例1と同様にして、濃縮及び水置換を行うことにより、水分散の菌型コロイダルシリカ粒子を含むゾルが得られた。このゾルのシリカ粒子をレーザードップラー法で粒子径を測定したところ平均粒径は 70 nm であった。このゾルのシリカ粒子を透過型電子顕微鏡で観察した処、短径は 40 nm であり

、長径は70 nmの繭型形状であることを確認した。次に、このゾルを少量のアンモニアを添加した上でオートクレーブに入れ200℃まで加熱して30分間放置した。このオートクレーブ処理したゾルを用い、実施例1と同様にして研磨用組成物を調製し、実施例1と同様にしてシリコンウエハ研磨試験を行った。その結果、研磨速度は0.13 $\mu\text{m}/\text{min}$ であった。研磨したウエハを実施例1と同様な方法で、AFMを使用して表面粗度を測定すると、Raが0.270 nmであった。また、得られた繭型コロイダルシリカ粒子を含むゾルの少量に、別途調整したPH11.5のアルカリ性水溶液を比較的多量加え、常温で1か月放置したが、その混合液は白濁していて、繭型コロイダルシリカ粒子がアルカリ溶液に溶解してはいなかった。

【0030】

実施例2は、基本的には、比較例1で製造した繭型コロイダルシリカをオートクレーブにおいて加圧加熱したものである。加熱により、コロイダルシリカは、比較例1のコロイダルシリカと比較して、研磨面の粗度は大差ないが、シリカの耐アルカリ性が向上し、研磨性能（研磨速度）の向上も認められた。研磨面の粗度に大差のなかったのは、粒子径と粒子径分布が同程度であることによる。

【0031】

【実施例3】

実施例1で得たコロイダルシリカを実施例2と同様にオートクレーブで加圧下に加熱した。得られたコロイダルシリカは、実施例1のコロイダルシリカの繭型形状を維持し、研磨試験では実施例1以上の研磨速度と実施例1と同様の研磨面粗度が確認された。また、得られた繭型コロイダルシリカ粒子を含むゾルの少量に、別途調整したPH12のアルカリ性水溶液を比較的多量加え、常温で1か月放置したが、その混合液は白濁していて、繭型コロイダルシリカ粒子がアルカリ溶液に溶解してはいなかった。これは、コロイダルシリカの耐アルカリ性が加圧加熱により向上したことを示すものである。

【0032】

【比較例1】

テトラメトキシシラン1重量部とメタノール0.27重量部とを混合して原料

溶液を調製した。一方、反応槽に反応媒体として全体が650gで、水の濃度が14.7重量%、アンモニア濃度が0.93重量%となるように、メタノール、水、アンモニアを仕込んだ。反応系の温度が20℃に保持できるように冷却しながら、3.6ml/minの添加速度にて原料溶液を25分間添加して、反応せしめた。以下、実施例1と同様にして、濃縮及び水置換を行うことにより、水分散の繭型コロイダルシリカ粒子を含むゾルが得られた。このゾルのシリカ粒子をレーザードップラー法で粒子径を測定したところ平均粒径は70nmであった。このゾルのシリカ粒子を透過型電子顕微鏡で観察した処、短径は40nmであり、長径は70nmの繭型形状であることを確認した。以下、実施例1と同様にして、濃縮及び水置換を行うことにより、水分散の繭型コロイダルシリカ粒子を含むゾルが得られた。次に、このゾルを用い、実施例1と同様にして研磨用組成物を調製し、実施例1と同様にしてシリコンウェハ研磨試験を行った。その結果、研磨速度は0.09 μ m/minであった。この研磨したウェハを実施例1と同様な方法で表面粗度を測定すると、Raが0.267nmであった。また、この水分散のコロイダルシリカ粒子を含むゾルの少量に、別途調整したPH11.5のアルカリ性水溶液を比較的多量加え、常温で1か月放置したところ、その混合液は透明となり、コロイダルシリカ粒子がアルカリ溶液に溶解していた。

【0033】

【発明の効果】

アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下で加水分解、縮合を行うことにより、繭型のコロイダルシリカが得られ、この繭型コロイダルシリカは電子材料等の研磨様砥粒として優れた性能をもつとともに優れた耐アルカリ性をもつものである。また、アルコキシシラン又はアルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下で加水分解、縮合を行うことにより得た繭型のコロイダルシリカを、更に、加圧下に加熱することにより繭型コロイダルシリカが得られ、この繭型コロイダルシリカは電子材料等の研磨様砥粒として優れた性能をもつとともに優れた耐アルカリ性をもつものである。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

砥粒として優れた繭型形状と優れた性能を維持しながら、耐アルカリ性に優れたコロイダルシリカ及びその製造方法を提供する。

【解決手段】

アルコキシシランの縮合体をアンモニア又はアンモニウム塩触媒の存在下に加水分解させることによって得られる繭型コロイダルシリカである。また、アルコキシシラン若しくはアルコキシシランの縮合体又はそれらの水性溶媒溶液をアンモニア若しくはアンモニウム塩の水溶液又はアンモニア若しくはアンモニウム塩と水性溶媒を含む水溶液中に滴下しながらアルコキシシランを加水分解し、更に、加圧下に加熱して得られる繭型コロイダルシリカである。前記コロイダルシリカを加圧下に加熱する温度は105～280℃が好ましく、前記アルコキシシランの縮合体は、平均縮合度が2～8が好ましい。

【選択図】

無し

認定・付加情報

| | |
|---------|----------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2003-039142 |
| 受付番号 | 50300252716 |
| 書類名 | 特許願 |
| 担当官 | 第五担当上席 0094 |
| 作成日 | 平成15年 2月19日 |

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成15年 2月18日

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 3 9 1 4 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 3 0 0 2 5 6 9]

1. 変更年月日

2 0 0 2 年 1 2 月 2 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

神奈川県鎌倉市津 1 0 6 9 - 2 4 7

氏 名

株式会社タイテム

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**